

РАЗРАБОТКА ЭКСПРЕССНОЙ МЕТОДИКИ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА (РФА) ВТОРИЧНОГО СЫРЬЯ ЧЕРНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ

Келешева А.В., Нечаева А.В.

Иркутский государственный университет

На предприятиях черной металлургии при анализе вторичного сырья методом РФА возникают трудности, обусловленные разнообразием размеров и конфигураций сертифицируемых объектов. Количество определяемых компонентов и требования к точности анализа при сортировке сырья не столь жесткие, как при контроле процессов технологии, что позволяет упростить пробоотбор и пробоподготовку и сократить время анализа. В основу разрабатываемой экспрессной методики положен способ отбора проб сталей путем натирания на наждачную бумагу, предложенный в работе [1].

Проведены исследования по выбору оптимальных условий пробоподготовки с использованием комплекта ЛРГ ГСО сталей. Установлено, что наиболее подходящей для натирания является наждачная бумага ГОСТ 10054-82 зернистостью 40, оптимальное время натирания 10 мин. Показано, что вариации массы натираемого материала хорошо учитываются отношением интенсивности линии определяемого элемента к интенсивности линии железа. С помощью эксперимента, спланированного по схеме дисперсионного анализа, оценены погрешности пробоподготовки (коэффициент вариации $V_{\text{пр}}$) при проведении измерений на двух приборах: кристалл-дифракционном VRA-30 (Германия) и энергодисперсионном РЛП-3 (Россия). Установлено, что для Ni, Cr, Co величина $V_{\text{пр}}$ незначима на фоне погрешности $V_{\text{и}}$ (%) измерений, составляющей соответственно 7.0, 4.0, 6.4 (VRA-30) и 9.7, 4.8, 9.7 (РЛП-3). Для Mn значение $V_{\text{пр}}$ равно 7.8 %. Установлены причины наблюдаемых погрешностей.

С помощью теоретических интенсивностей, рассчитанных для указанного комплекта ГСО, выбраны оптимальные градуировочные функции. Показано, что определение Ni, Cr, Mn следует проводить комбинированным способом внутреннего стандарта [2], а Co – классическим. Результаты расчета подтверждены экспериментом.

При выполнении РФА на спектрометре VRA-30 пределы обнаружения ($C_{0,997}$) Ni, Co, Cr и Mn равны соответственно 0.08, 0.05, 0.17 и 0.35%, для РЛП-3 значения $C_{0,997}$ в 1.5-6 раз выше. Полученные метрологические характеристики методики позволяют применять ее при сортировке вторичного сырья и таможенном контроле.

1 Ильин Н.П. // Заводская лаборатория. – 2004. – Т.70, №6. – С.3-10.

2 Смагунов А.В., Китов Б.И., Карпукова О.М., Мельникова И.А. // Заводская лаборатория. – 1987. – Т.53, №4. – С.23-25.